



AUSLEGESCHRIFT

1 163 021

Internat. Kl.: C 08 g

Deutsche Kl.: 39 b - 22/10

Nummer: 1 163 021

Aktenzeichen: W 17735 IV c / 39 b

Anmeldetag: 28. Oktober 1955

Auslegungstag: 13. Februar 1964

1

Da den bisher benutzten Gips-, Compound- und Alginat-Abdruckmassen gewisse Nachteile anhafteten, hat man sich bekanntlich seit langem bemüht, bessere Produkte herzustellen. So ist bereits bekannt, aus Naturkautschuk bzw. Guttapercha sowie aus Kunstkautschuk und anderen organischen Kunststoffen, die elastisch kohäsiv, jedoch ohne adhäsive Eigenschaften sind, gegebenenfalls im Verschnitt miteinander und unter Zusatz von Weichmachern sowie üblichen Füll- und sonstigen geeigneten Zusatzstoffen, Abdruckmassen zu gewinnen. Als geeignete elastische Kunststoffe wurden verwendet Polyacrylsäureester oder andere Polyvinylverbindungen sowie Silikonelastomere. Obwohl einige dieser Kunststoffe Vorteile aufwiesen, konnten sie sich nicht durchsetzen, teilweise wegen ihrer mangelnden Maßgenauigkeit, ihres Geruches oder ihrer physiologischen Wirksamkeit, teilweise wegen ihres Gehaltes an Weichmachern, die wandern oder ausschwitzen und keine dauerhaften Abdruckmassen ergaben. Silikonkautschuk war z. B. in der Dentaltechnik für im Mund zu benutzende Abdruckmassen wenig geeignet, da die Abdrucke nachträglich bei höheren Temperaturen vulkanisiert werden mußten.

Überraschenderweise wurden in den kalthärtbaren Silikonelastomeren ideale Materialien zur Verwendung für maßgenaue, dauerhafte Abdruckformen gefunden. Ihre Anwendbarkeit ist begründet in der unerwarteten Feststellung, daß diese Massen nicht etwa überhaupt bei Raumtemperatur zu weichgummiartigen Produkten erhärten, sondern dies bereits in genügend kurzer Zeit, nämlich sogar in wenigen Minuten, tun. Die Herstellung derartiger Massen ist aus der deutschen Patentschrift 916 587 bekannt sowie Gegenstand des Patentes 1 019 462 und der älteren Patentanmeldung H 17573 IVb/39 b (deutsche Auslegeschrift 1 058 254).

Die erfindungsgemäß zu verwendenden Massen bestehen aus vorwiegend difunktionellen, linearen, jedoch nicht harzartigen Organopolysiloxanen der allgemeinen Strukturformel



worin R ein Alkyl- oder Arylrest und X ein Wasserstoffatom oder R darstellt und n den Wert von mindestens 50 hat. Diese difunktionellen Siloxane werden unter Zusatz von aus mindestens zwei kondensationsfähige funktionelle Gruppen im Molekül aufweisenden organischen oder Organosiliciumverbindungen bestehenden Vernetzungsmitteln und Kondensationskatalysatoren als Abdruckmassen verwendet. Der Vernetzer wird im allgemeinen, berechnet auf das difunktionelle Siloxan, in Mengen von 0,5 bis 10%

Verwendung von Organopolysiloxanformmassen als Abdruckmassen

Anmelder:

Wacker-Chemie G. m. b. H.,
München 22, Prinzregentenstr. 20

Als Erfinder benannt:

Dr. Siegfried Nitzsche,
Dr. Manfred Wick, Burghausen (Obb.)

2

und der Katalysator von 0,1 bis 5% dem difunktionellen Siloxan zugesetzt.

Als Vernetzer sind vorzugsweise geeignet di- oder polyfunktionelle organische oder Organosiliciumverbindungen, wie z. B.:

1. Organopolysiloxane mit einer Funktionalität von mehr als 2, vorzugsweise über 2,5, insbesondere solche mit einem Alkoxygruppengehalt;
2. Organowasserstoffpolysiloxane der Formel
 $\text{YSiH(R)} - \text{O} - [\text{SiH(R)} - \text{O}]_n - \text{SiH(R)Y}$
3. Silane der Formel $\text{R}_m\text{SiY}_{4-m}$; in den beiden letztgenannten Formeln ist Y eine reaktionsfähige Gruppe, z. B. eine Oxy-, Alkoxy-, Aroxy- oder Aminogruppe, m hat den Wert von 0 bis zu etwa 1,5, und R bedeutet einen Alkyl- oder Arylrest;
4. Orthokieselsäureester, vorzugsweise Orthokieselsäureäthylester;
5. Alkylpolysilikate, vorzugsweise Äthylpolysilikat.

Ferner kommen als Vernetzer in Betracht reaktionsfähige Kieselsäureprodukte, d. h. solche, die insbesondere oberflächlich reaktionsfähige Gruppen, wie Oxy- und Alkoxyreste, oder Wasserstoffatome an den Siliciumatomen aufweisen. Derartige Kieselsäureprodukte sind z. B. gewinnbar durch oberflächiges Anestern, durch Behandeln mit Siliciumchloroform oder Organowasserstoffsilanen bzw. -siloxanen, durch Verbrennen von Siliciumtetrachlorid in Wasserstoff oder durch Hydrolyse von Siliciumchloroform.

Schließlich sind als Vernetzer auch Titanester, wie Butyltitanat, anwendbar.

Als Kondensationskatalysator sind geeignet beispielsweise Metallsalze organischer Säuren, wie Dibutylzinndilaurat oder Zinkoktoat, Metallchelate, Metall-

oxyde, wie Bleioxyd, Organometallverbindungen oder anorganische oder organische Säuren oder Basen, wie Bor- oder Ölsäure, sowie Triäthanol- oder Dibutylamin.

Die pastenförmigen Abdruckmassen sind knet-, streich- und gießbar sowie geruchlos und physiologisch indifferent. Sie können zum schnellen Abdrucknehmen von technischen Gebrauchsgegenständen und von künstlerischen und kunstgewerblichen Gebilden, ferner für medizinische und naturwissenschaftliche Anforderungen, wie z. B. zum Abformen von lebenden und toten Körpern des Menschen und der Tierwelt, für Dentalzwecke od. dgl. m. mit Erfolg benutzt werden, wobei vollkommen maßgetreue und auch bei langem Lagern form- und temperaturbeständig und elastisch bleibende Formen erhalten werden, die im Bedarfsfalle an einer Seite aufgeschnitten und wiederholt ausgegossen werden können, ohne daß eine nennenswerte Schrumpfung eintritt. Das Vermischen der gegebenenfalls Füller und sonstige Zusatzstoffe enthaltenden difunktionellen Siloxane mit dem Vernetzungsmittel und dem Härtungskatalysator erfolgt kurz vor dem Gebrauch.

Beispiel 1

100 g eines Dimethylpolysiloxans mit einer Viskosität von 30000 cSt werden auf einem Dreiwalzenstuhl mit 70 g Kieselgur und 30 g Glimmermehl vermischt. 10 g dieser Masse werden anschließend mit 3 g eines Polyäthylsilikats, das 50% Äthoxylgruppen aufweist, und 0,5 g Dibutylzinndilaurat vermischt, worauf diese Masse langsam an Konsistenz zunimmt. Nach etwa 6 Minuten wird diese etwas verdickte Masse beispielsweise in der Dentaltechnik auf einen Löffel gebracht und in den Mund eingeführt. Die Versuchsperson beißt nun in diese pastöse Masse und behält sie etwa 10 Minuten im Mund. Anschließend wird der fertig-vulkanisierte Abdruck herausgenommen.

Beispiel 2

10 g der Masse nach Beispiel 1 werden mit 1 g eines Methylwasserstoffpolysiloxans von 100 cSt und 1 g Dibutylamin vermengt, worauf die Vulkanisation unter den im Beispiel 1 beschriebenen Bedingungen in 3 Minuten bei Zimmertemperatur erfolgt.

Beispiel 3

100 g eines Dimethylpolysiloxans einer Viskosität von 200000 cSt werden auf einem Mischwalzwerk mit 200 g Zirkonsilikat vermischt. Zu 10 g dieser Masse setzt man anschließend 2 g eines Methylsilikons, bei

welchem das R:Si-Verhältnis 1,2:1 ist und welches 15% freie Hydroxylgruppen enthält, und 1 g Dibutylzinndilaurat zu, worauf die Vulkanisation unter den im Beispiel 1 genannten Bedingungen in 15 Minuten erfolgt. Bei der Vulkanisation kann keine Schrumpfung festgestellt werden.

Beispiel 4

Man stellt durch Polymerisation eines Dimethylsilikonöls mittels einer Phosphor-Stickstoff-Verbindung nach dem deutschen Patent 930 481 ein Polymeres mit einer Viskosität von 30 000 cSt her. Aus diesem Dimethylpolysiloxan wird durch Zugabe von 50 g Kieselgur und 4 g Methylwasserstoffpolysiloxan auf je 100 g Polymeres eine Abdruckmasse hergestellt, die durch Zusatz von 2% Dibutylzinndilaurat vulkanisiert wird. Es zeigt sich dabei, daß die Abdruckmasse in 2 Minuten bei Zimmertemperatur klebfrei vulkanisiert.

Beispiel 5

Durch Polymerisation eines Octamethylcyclotetrasiloxans mit 0,05% Kaliumhydroxyd bei 150°C bereitet man ein Polymeres mit einer Viskosität von 30000 cSt, löst das Polymere in Toluol und fügt anschließend langsam unter gutem Rühren so viel Äthanol zu, bis etwa 10% des eingesetzten Polymeren als unlöslicher Körper ausfallen. Anschließend wird weiter mit Äthanol gefällt, bis etwa 70% des eingesetzten Polymeren ausgefallen sind. Diese letztere Fraktion mit einer Viskosität von 18000 cSt füllt man nun nach Beispiel 4 mit 50 g Kieselgur und 4 g Methylwasserstoffpolysiloxan auf je 100 g Polymeres und vulkanisiert das Produkt durch Zusatz von 2% Dibutylzinndilaurat. Man erhält in 3 Minuten bei Zimmertemperatur ein klebfreies Vulkanisat.

Patentanspruch:

Verwendung von zu Organopolysiloxanelastomeren bei Raumtemperatur bzw. unter 100°C härtbaren Formmassen, bestehend aus vorwiegend difunktionellen, linearen Organopolysiloxanen, mindestens zwei kondensationsfähige funktionelle Gruppen im Molekül aufweisenden organischen oder Organosiliciumverbindungen als Vernetzungsmittel und Kondensationskatalysatoren sowie Füllern und sonstigen üblichen Zusatzstoffen, als Abdruckmassen zur Herstellung von Formen, mit Ausnahme der Herstellung von Gießformen für die Verformung von Epoxy- und Polyesterharzen.